

Méthode d'analyse des reliquats azotés
au **SAS Laboratoire** :
«pour que qualité rime avec rapidité»

maitrise de tous les paramètres d'influence
conséquences du cumul des biais

Norme pour la mesure du reliquat azoté

Mesure normalisée :

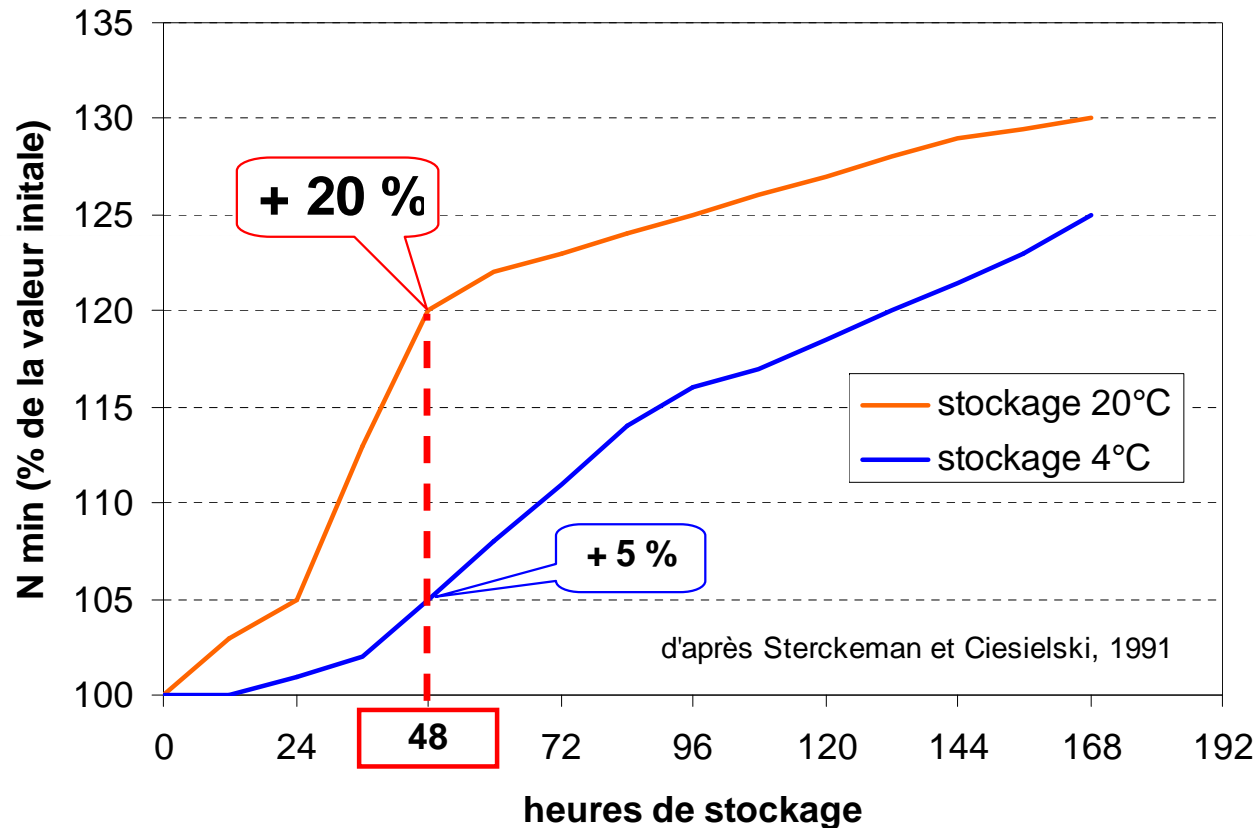
NF ISO 14256-2

Mars 2007

Qualité du sol - Dosage des nitrates, des nitrites et de l'ammonium dans des sols bruts par extraction avec une solution de chlorure de potassium - Partie 2 : méthode automatisée avec analyse en flux segmenté

I - Maitrise de la chaine du froid

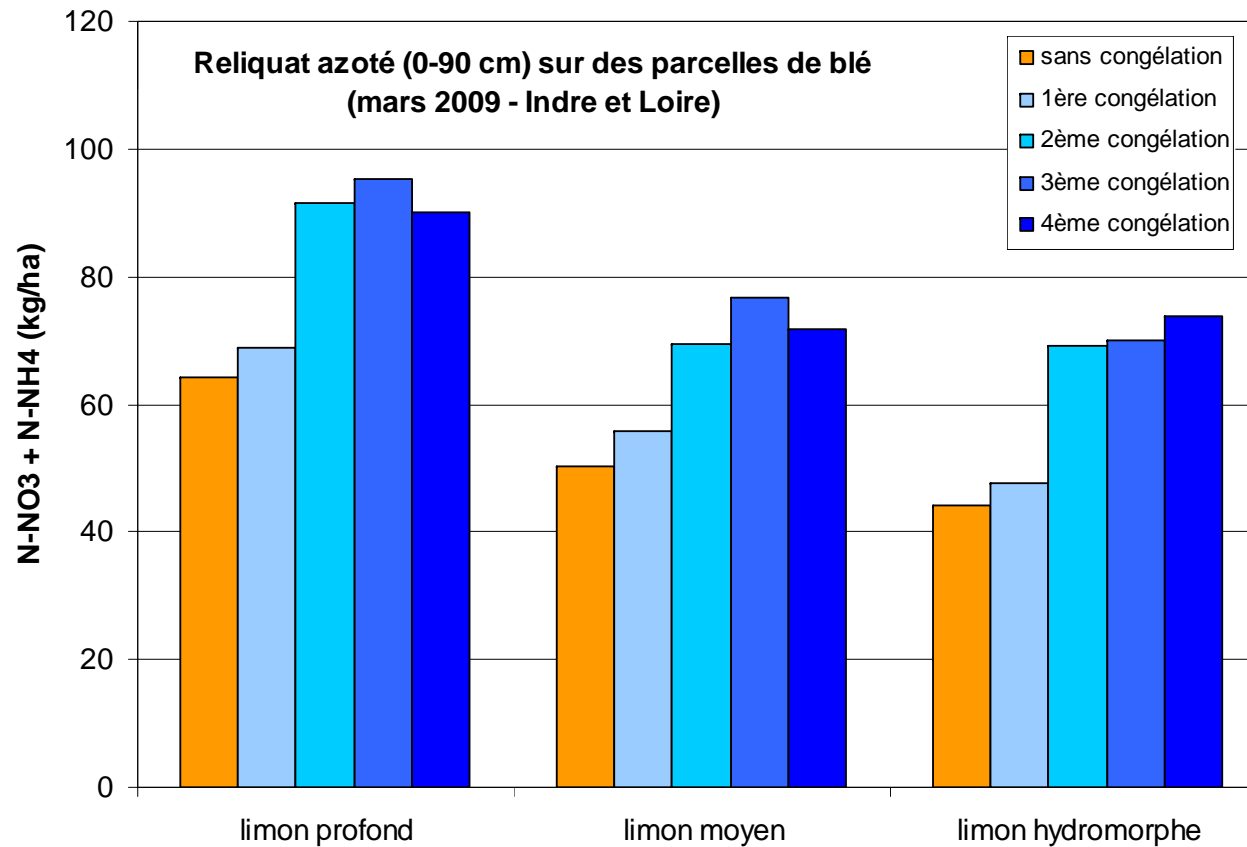
a) *Température de conservation des échantillons*



Conservation 48H max entre 0 et 4°C sinon congélation

I - Maitrise de la chaine du froid

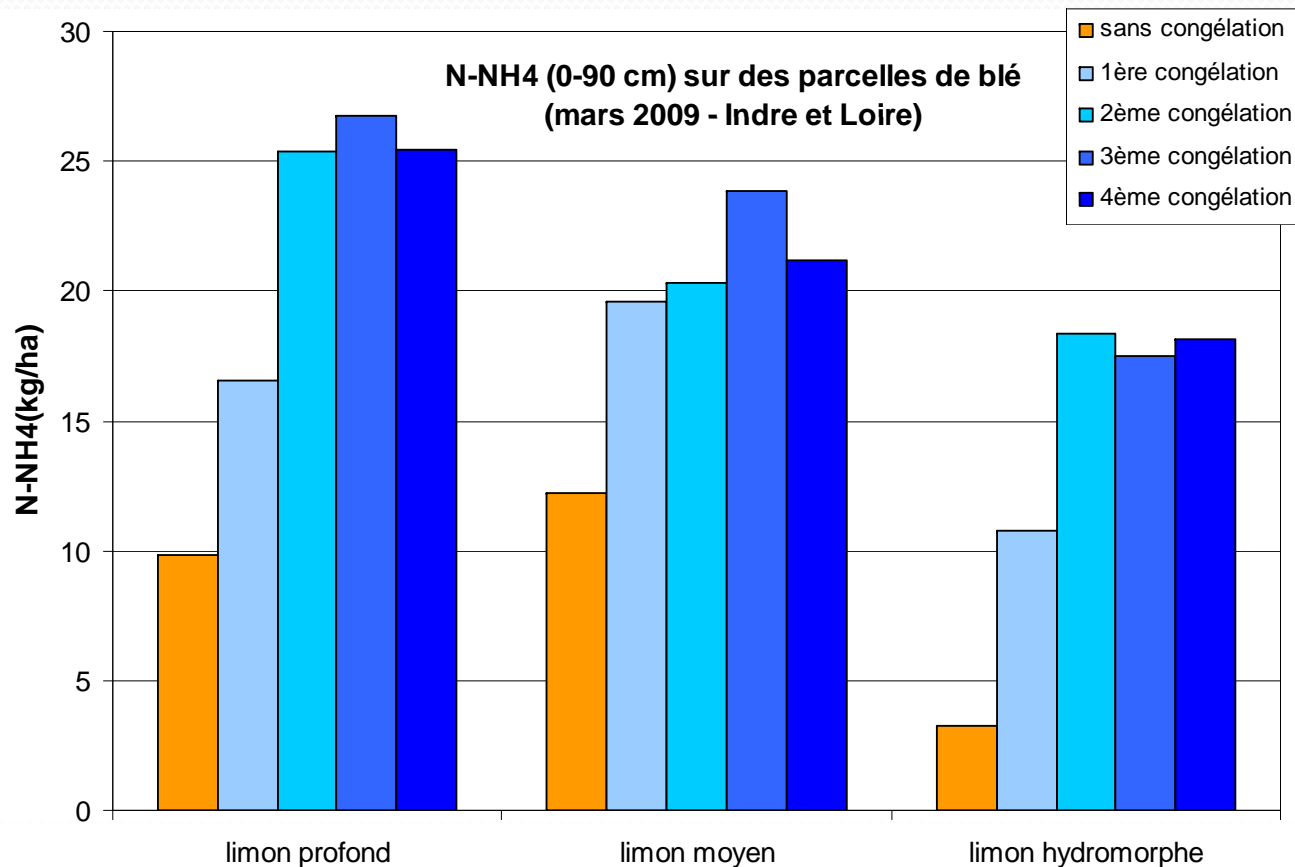
b) Effet de la congélation et des cycles gel / dégel



Prélèvement en sol gelé : ne pas recongeler par la suite

I - Maitrise de la chaine du froid

b) Effet de la congélation et des cycles gel / dégel

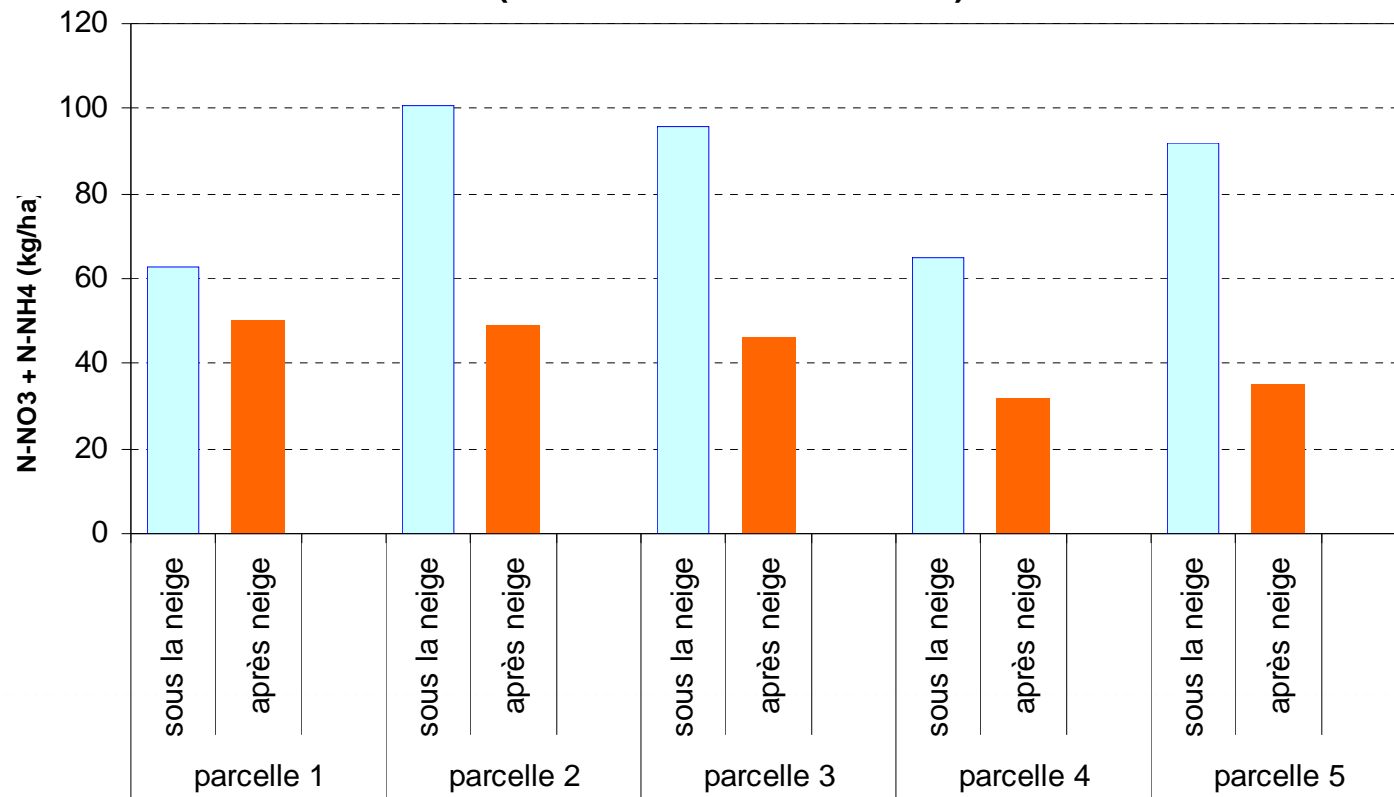


Sols riches en ammonium : congélation à éviter

I - Maitrise de la chaine du froid

c) Effet des épisodes neigeux

reliquat azoté (0-90 cm) sur des parcelles de limon
(hiver 2009 - Indre et Loire)



Éviter de prélever si couverture neigeuse conséquente et persistante

I - Maîtrise de la chaîne du froid

Bonnes pratiques du SAS Laboratoire

- Prélèvement à éviter sous couverture neigeuse persistante

Après le prélèvement :

- Transport au laboratoire < 48 h → échantillon frais (0 à 4°C)
- Transport au laboratoire > 48 h → congélation

A la réception au laboratoire :

- échantillon frais (0 à 4°C) → Traitement immédiat
- Échantillon congelé → décongélation progressive en chambre froide de 0 à 4°C (atmosphère en azote contrôlée)

Jamais de recongélation !

II - Respect des échantillons: sous échantillonnage « parfait »

Forte variabilité
des carottes
élémentaires
prélevées au
champ :



II - Respect des échantillons:



NON !

Biais possible sur échantillon
hétérogène (10 à 20 %)

II - Respect des échantillons: technique SAS Laboratoire de sous échantillonnage « parfait »



OUI !

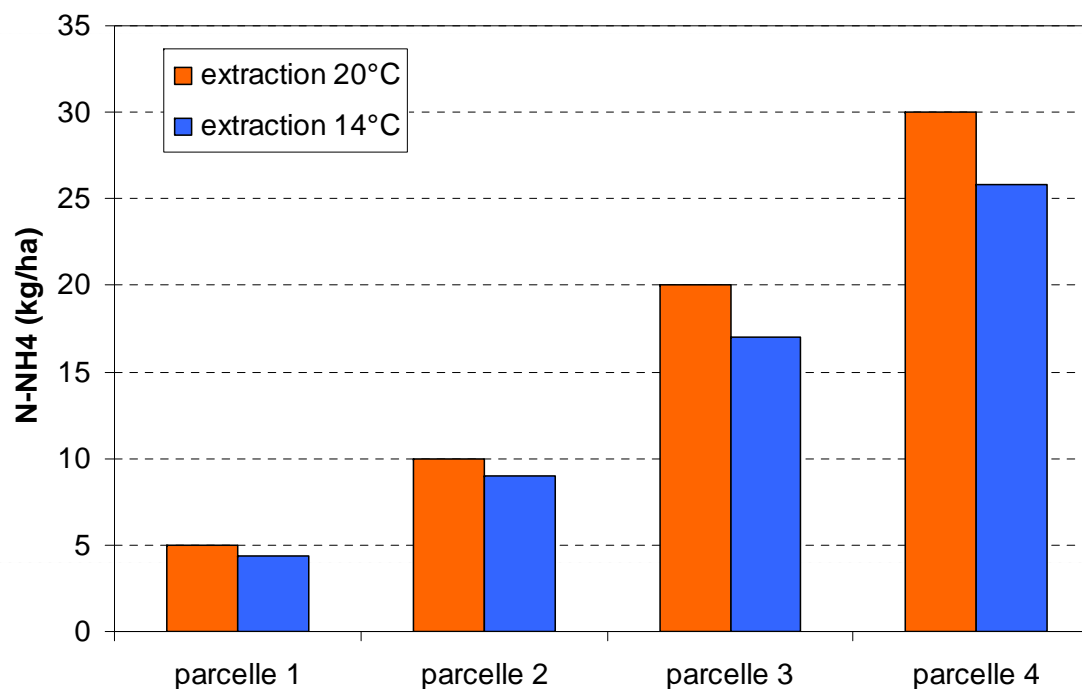
Technique simple et rapide afin d'obtenir un sous échantillon
représentatif du prélèvement → **biais ≈ 0%**

III - Extraction: biais potentiels à éviter

Maitrise de la température tout au long de la chaine analytique

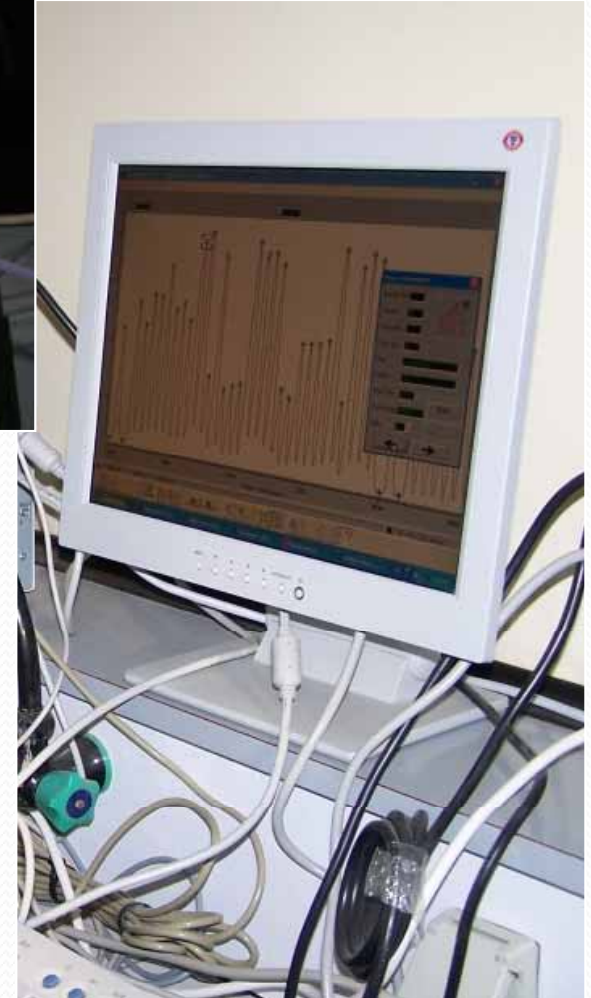
→ Norme : 20°C +/- 2

biais significatif si température différente



biais pour
extraction à 14°C :
10 à 15 % d'écart
pour NH4

IV - Lecture par spectrophotométrie



V – Incertitude de mesure

Étape de la mesure (selon la norme)	Incertitude
Stockage (chaîne du froid)	0 à 2 %
Préparation (sous échantillonnage)	≈ 0 %
Dosage	≈ 3 %
Global	3 à 5 %

Tolérance = incertitude x 2 = 6 à 10 %



Non respect des bonnes pratiques de laboratoire
(chaîne du froid, sous échantillonnage)



L'incertitude peut atteindre **20 à 30 %**

VI - Mesure de l'humidité : mode d'expression et calcul en kg/ha

Mode d'expression du résultat :

→ kg/ha **sur la masse de terre sèche** et non sur le poids brut !

$$N(\text{kg} / \text{ha}_{\text{sec}}) = N(\text{mg} / \text{L}) * \frac{1000 * V + M * H}{M * (1000 - H)} * \frac{(D * E)}{10}$$

V = volume de solution d'extraction (mL)

M = masse de sol frais (g)

H = humidité (g/kg de sol frais)

D = densité apparente

E = épaisseur de l'horizon échantillonné (cm)

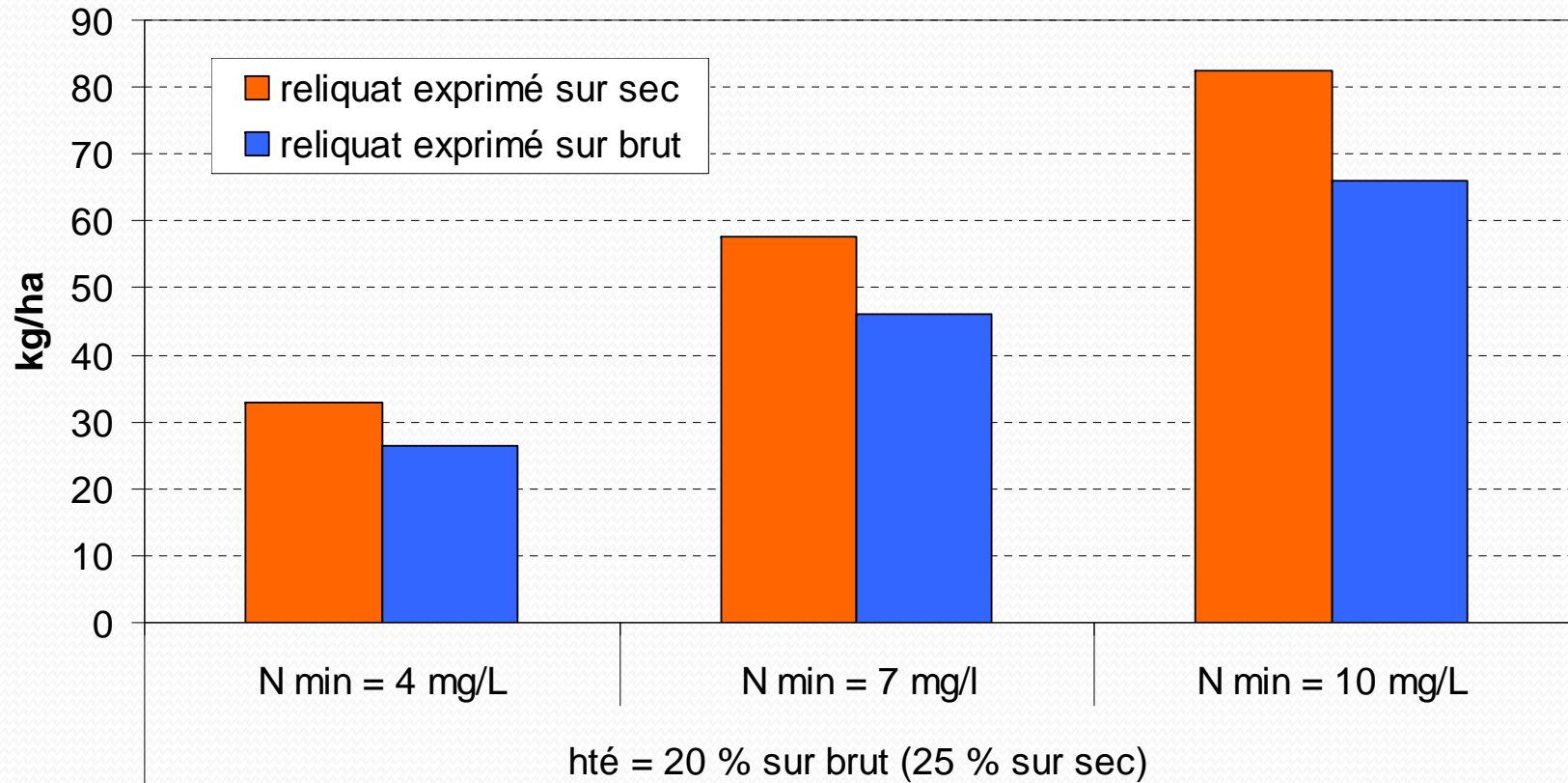
Prise en compte de la densité apparente :

-> Table en fonction du type de sol :

! paramètre non normalisé!

VI - Mesure de l'humidité : mode d'expression et calcul en kg/ha

Impact d'un calcul sur brut et non sur sec sur le calcul du reliquat exprimé à l'hectare



VII - Agrément , essais interlaboratoires

- Agrément ministériel :
 - Fréquence : 1/mois
 - Contrôle reliquat porte sur un échantillon séché / broyé : l'agrément ne porte que sur l'extraction et le dosage
→ **Phase de préparation / sous échantillonnage non prise en compte dans l'agrément !**
- SAS laboratoire :
 - essais inter labos hebdomadaires + témoins internes (10%)
- Evolution du métier :
 - Accréditation souhaitable** → seule garantie du respect des bonnes pratiques laboratoire

Facteurs clés dans la mesure du reliquat azoté

	Poids dans l'incertitude
• Conditions climatiques (neige, gel)	++
• Chaîne du froid (transport, congélation)	+++
• Sous échantillonnage	++++
• Extraction : contrôle de la température	+
• Mode d'expression du reliquat (sur MS)	++
• Valeur de la densité apparente	+

+ faible ++ moyen +++ élevée ++++ très élevé